

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-229100

(43)Date of publication of application : 24.08.1999

(51)Int.Cl.

C22F 1/04

C23G 1/00

C23G 5/00

(21)Application number : 10-034683

(71)Applicant : NIPPON LIGHT METAL CO LTD

(22)Date of filing : 17.02.1998

(72)Inventor : MARUYAMA HARUMI
YAMANASHI KIYOSHI
TODA YOSHIHISA
ISHII HIDEHIKO
ITO SUSUMU

(54) PRODUCTION OF ALUMINUM OR ALUMINUM-ALLOY STRIP COIL OR SHEET, SUITABLE FOR ALKALI TREATMENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent nonuniform etching in alkali treatment for an aluminum or aluminum-alloy sheet to be annealed as a coil or a laminated body of sheets.

SOLUTION: In applying annealing treatment to a cold rolled strip coil or laminated body of cold rolled sheets of aluminum or aluminum alloy, the amount of rolling mill oil remaining on the surface of the strip coil or sheet is regulated to $\leq 1\text{g/m}^2$ and then annealing treatment is carried out. The regulation of the amount of residual rolling mill oil to the above range is performed, e.g. by means of removal by cleaning with a detergent, evaporation by regulation of temperature at the time of finishing of cold rolling to $\geq 70^\circ\text{C}$, etc. By regulation of the amount of residual rolling mill oil to the above range, the amount of rolling mill oil gathering between sheets on the end side of a small-thickness cold rolled sheet coil can be reduced and the amount of hydrogen formed by decomposition at the time of annealing can be reduced and the amount of hydrogen absorption on the end side can be reduced. As a result, the occurrence of nonuniform etching due to the progress of etching at the time of alkali treatment can be inhibited.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 02.10.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 04.11.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-229100

(43) 公開日 平成11年(1999) 8月24日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 2 2 F 1/04

C 2 2 F 1/04

A

C 2 3 G 1/00

C 2 3 G 1/00

5/00

5/00

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平10-34683

(22) 出願日 平成10年(1998) 2月17日

(71) 出願人 000004743

日本軽金属株式会社

東京都品川区東品川二丁目 2 番20号

(72) 発明者 丸山 晴己

愛知県稲沢市小池 1 丁目11番 1 号 日本軽
金属株式会社名古屋工場内

(72) 発明者 山梨 清志

愛知県稲沢市小池 1 丁目11番 1 号 日本軽
金属株式会社名古屋工場内

(72) 発明者 戸田 善久

愛知県稲沢市小池 1 丁目11番 1 号 日本軽
金属株式会社名古屋工場内

(74) 代理人 弁理士 小倉 亘 (外 1 名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルカリ処理に適したアルミニウム又はアルミニウム合金の板条コイルもしくは板の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 コイル又は板の積層体として焼鈍されるアルミニウム又はアルミニウム合金板材のアルカリ処理の際のエッチング斑の発生を防止する。

【構成】 冷間圧延板条コイルもしくは板の積層体を焼鈍処理するに際して、前記板条コイルもしくは板の表面残存圧延油量を $1/m^2$ 以下とした後、焼鈍処理する。残存圧延油量を上記範囲とするには、洗浄剤で洗浄除去する、冷間圧延終了時の温度を $70^{\circ}C$ 以上として蒸発させる、等による。

【効果】 残存圧延油量を上記範囲とすることにより、厚さの薄い冷延板コイルの端部側の板の間に集まる圧延油を減少させ、焼鈍の際分解して発生する水素を減少させて端部側の水素吸収量を減少させることにより、アルカリ処理の際のエッチングの進行によるエッチング斑発生を抑制する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは冷間圧延板の積層体を焼鈍処理するに際して、該板条もしくは板の表面残存圧延油量を 1 g/m^2 以下とした後、該板条コイルもしくは板の積層体を焼鈍処理することを特徴とするアルカリ処理に適したアルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは板の製造方法。

【請求項2】 前記板条コイルもしくは板の表面残存圧延油量を、冷間圧延後の板条もしくは板に付着している圧延油を有機又は無機の洗浄剤を用いて洗浄除去して 1 g/m^2 以下とすることを特徴とする請求項1記載のアルカリ処理に適したアルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは板の製造方法。

【請求項3】 前記板条コイルもしくは板の表面残存圧延油量を、 $0.02\sim 0.20\text{ g/m}^2$ に規定した後、該板条コイルもしくは板の積層体を焼鈍処理することを特徴とする請求項1又は2記載のアルカリ処理に適したアルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは板の製造方法。

【請求項4】 前記板条コイルもしくは板の表面残存圧延油量を、冷間圧延の板条の温度を 70°C を超える温度で冷間圧延を終了させて 1 g/m^2 以下とすることを特徴とする請求項1記載のアルカリ処理に適したアルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは板の製造方法。

【請求項5】 アルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは冷間圧延板の積層体を焼鈍処理するに際して、冷間圧延後の板条コイルもしくは板の表面付着圧延油を有機の洗浄剤で洗浄除去した後、該洗浄板条コイルもしくは板の積層体を $100\sim 200^\circ\text{C}$ の温度で加熱処理し、次いで焼鈍処理することを特徴とするアルカリ処理に適したアルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは板の製造方法。

【請求項6】 アルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは冷間圧延板の積層体を焼鈍処理するに際して、冷間圧延後の板条コイルもしくは板の表面付着圧延油を除去して表面残存圧延油量を 0.1 g/m^2 以下とした後、該板条コイルもしくは板の表面に再び潤滑油を塗布して表面の油量を $0.02\sim 1\text{ g/m}^2$ とし、然る後焼鈍処理することを特徴とするアルカリ処理に適したアルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、アルミニウムまたはアルミニウム合金の冷間圧延板をコイル状もしくは積層体として焼鈍処理後、板条もしくは板としてアルカリ処理を施す際にエッチング斑を発生することなく表面の均一美麗な外観を呈するアルミニウムまたはアルミニウム合

金の板条コイルもしくは板の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 アルミニウムまたはアルミニウム合金の冷間圧延板は、その成形性の良さと良好な表面処理特性によって美麗な表面性状が得られることから、鍋や釜などの日用品から、建材用の内、外装パネル等にまで広く使用されている。この冷間圧延板は溶湯を鑄造し、熱間圧延及び冷間圧延を施して板条コイルもしくは板として、中間焼鈍もしくは最終焼鈍が施される。この焼鈍処理は、用途に応じて求められる強度等の機械的性質等の特性を付与するために、不活性ガス雰囲気中で焼鈍処理するもので、前記の冷間圧延板条を板条のままでコイル状に巻いたもの（板条コイルという。）もしくは該板条を所定寸法に切断した後該板を積み重ねて積層したもの（板の積層体という。）を炉内で所定温度条件で加熱処理して行う。焼鈍処理された板条もしくは板は鍋や釜或いは建材用内装、外装のパネル等の製品形状に成形加工され、得られた加工品は装飾乃至耐食性等の特性付与のために陽極酸化処理等の表面処理が施される。この表面処理では、前処理として前述した焼鈍処理を施した板条もしくは板、或いはこれらを成形加工して得られた前述の加工品を硫酸等の酸水溶液または苛性ソーダ等のアルカリ水溶液、もしくは両水溶液で洗浄して表面を僅かにエッチングして表面の油脂乃至は酸化物等の汚れを除去した後、硫酸、蔞酸等の電解浴中で陽極酸化処理して酸化被膜を形成している。また、この酸化皮膜を形成された上述の加工品は、必要により更に二次電解処理等により着色処理されて所望の色とされる。

【0003】 ところが、前述のアルカリ水溶液で洗浄処理して汚れを除去する所謂アルカリ処理の工程で、焼鈍処理する際の板条コイルもしくは板の積層体の端部側に対応する板条もしくは板表面に図3に示す如き乳白色の斑模様の発生することがある。この乳白色の斑模様はエッチング斑1と称し、このエッチング斑1が生じると図1及び2に示す板条コイル2もしくは板の積層体3の内部側5に相当する範囲の表面11は金属光沢があるが端部側4に相当する範囲のエッチング斑1の表面は光沢が鈍く、外観が異なる。このため、色調の不均一を呈し、同じ板条もしくは板の内部側と端部側であたかも材質が異なるかの如き印象を与え、また美観を損なうため商品価値を低下させる問題点があり、その解決策が求められていた。

【0004】 特開昭56-33459号公報には、不活性ガス雰囲気中で板の積層体を焼鈍処理した板の表面の酸化膜厚が積層体の内部側で薄く端部側で厚く形成されるという知見を得て、これは不活性雰囲気中に残存する僅かな酸化性ガスの作用が内部側に達しないことに原因があり、この酸化膜の厚さの差がエッチング処理において表面性状の異なるエッチング斑を生じるものとして、解決策として不活性ガス雰囲気に代わって大気雰囲

気中で焼鈍処理して板の積層体の内部側と端部側とで均一に酸化膜が形成されるようにしてエッチング斑の発生を改善する技術が提案されている。

【0005】また、特公平3-72150号公報には、このエッチング斑の発生は板条コイルもしくは板の積層体を焼鈍するときの炉内雰囲気中の水分に原因があり、この水分が焼鈍処理中に板条コイルもしくは板の積層体の端部側から板条と板条の間もしくは積層体の板と板との間に浸入してAlと水分とが反応し、この反応で生成した水素の金属組織への浸入、吸収量が板条コイルもしくは板の積層体の端部側と内部側とで異なるため、結果として端部側の板条もしくは板の表面に前述のエッチング斑が発生するものとし、解決策として炉内雰囲気中の水分の露点を20℃以下としてエッチング斑の発生を改善する技術が提案されている。しかしながら、最近の多様なアルミニウム製品の普及するなかで、これらの外観の品質に対する要求も多様且つ厳しくなっており、前記に提案されているような従来のエッチング斑の改善法ではこれらの製品に求められる品質に対する要求を満たすことはできない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような要求に応じて前述の問題を解消すべく創出されたものであって、板条コイルもしくは板、或いはこれらから加工して得られた加工品のアルカリ処理の際にエッチング斑が発生せず、均一、美麗に表面処理ができるアルミニウム又はアルミニウム合金の板条コイル又は板の製造方法の提供を目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、その目的を達成するため、アルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは冷間圧延板の積層体を焼鈍処理するに際して、該板条もしくは板の表面残存圧延油量を 1 g/m^2 以下とした後、該板条コイルもしくは板の積層体を焼鈍処理することを特徴とするアルカリ処理に適したアルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは板の製造方法である。また、前記板条コイルもしくは板の表面残存圧延油量を、冷間圧延後の板条もしくは板に付着している圧延油を有機又は無機の洗浄剤を用いて洗浄除去して 1 g/m^2 以下とする。更に、前記板条コイルもしくは板の表面残存圧延油量を $0.02\sim0.20\text{ g/m}^2$ に規定した後、該板条コイルもしくは板の積層体を焼鈍処理する。また更に、前記板条コイルもしくは板の表面残存圧延油量を、冷間圧延の板条の温度を70℃を超える温度で冷間圧延を終了させて残存する圧延油を蒸発除去して 1 g/m^2 以下とする。

【0008】また、アルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは冷間圧延板の積層体を焼鈍処理するに際して、冷間圧延後の表面付着圧延油を有

機の洗浄剤で洗浄除去した後、該洗浄板条コイルもしくは板の積層体を100～200℃の温度で加熱処理して残存する有機洗浄剤を蒸発除去し、次いで焼鈍処理する。

【0009】また、アルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは冷間圧延板の積層体を焼鈍処理するに際して、冷間圧延後の板条コイルもしくは板の表面付着圧延油を除去して表面残存圧延油量を 0.1 g/m^2 以下とした後、該板条コイルもしくは板の表面に再び潤滑油を塗布して表面の油量を $0.02\sim1\text{ g/m}^2$ とし、然る後焼鈍処理する。

【0010】

【作用】本発明者らは前述の実情に鑑み、前記のエッチング斑の発生原因について鋭意検討した結果、これらのエッチング斑は板条コイルもしくは板の冷間圧延工程で使用される圧延油が付着したままの状態焼鈍処理することにより、その後のアルカリ処理で発生するものであることを突き止めた。即ち、この圧延油がコイルの板条と板条との間、もしくは積層体の板と板との間に介在した状態で焼鈍処理が行われるとこの焼鈍処理工程に伴って圧延油が分解して水素を発生する。このようにして発生した水素は、高温に加熱したアルミニウム又はアルミニウム合金では金属組織中に侵入、吸収され易く、この水素吸収量が板条コイル2もしくは板の積層体3の内部側5よりも端部側4で多く、またアルカリ処理に際してこの水素吸収量の差によりエッチングの程度に差が生じてその結果端部側4の表面にエッチング斑が発生するという知見を得て本発明を完成したものである。

【0011】すなわち、請求項1記載の発明は、このようにアルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延板条コイルもしくは冷間圧延板の積層体を焼鈍処理するに際して、前記板条コイルもしくは板の表面残存冷間圧延油量を 1 g/m^2 以下とした後、焼鈍処理することにより、残存圧延油の分解によって発生する水素量が少なくなるので、水素吸収量の場所による差が小さくなり、アルカリ処理の際のエッチング斑の発生が目視では認められないものとなる。また、請求項2記載の発明は、冷間圧延後の板条もしくは板の表面残存圧延油量を 1 g/m^2 以下とするため、これらに付着した圧延油の除去に有機又は無機の洗浄剤を用いることにより、付着圧延油の除去を確実に、且つ容易に行うことができるものである。

【0012】また、請求項3記載の発明は、前記板条コイルもしくは板の表面残存圧延油量を $0.02\sim0.20\text{ g/m}^2$ に規定し、 0.20 g/m^2 以下とすることによって、建材用内、外装パネル等のように強度のアルカリ処理を必要とし且つ美麗な外観に仕上げるための厳しい要求に応えることができ、一方これらの残存圧延油量を 0.02 g/m^2 以上に保持することにより併せて焼鈍処理の際板条もしくは板の間で生じる板擦れによる傷発生防止機能を確保するものである。

10

20

30

40

50

【0013】また、請求項4記載の発明は、冷間圧延の板条の温度を70℃を超える温度で冷間圧延を終了させることによって圧延油を圧延後に蒸発させて減少せしめ、所定の残存圧延油量とすることができる。この方法によれば特別な手段を採用せずして冷間圧延の工程内で圧延油を除去できる。

【0014】さらに、請求項5記載の発明においては、冷間圧延後の表面付着圧延油を有機の洗浄剤で洗浄除去した後、焼鈍処理前に予め該圧延板の板条コイルもしくは板の積層体を100～200℃の温度で加熱処理することにより、残存するこれら有機洗浄剤を蒸発させて除去し、残存するこれら有機洗浄剤が焼鈍処理の際水素の発生原因となることを防止する。また、請求項6記載の発明によれば、過度に除去されあるいは残存油量の調整の困難なため一旦圧延油を除去した後、塗布量を容易に制御できる潤滑油の塗布工程を適用することにより、確實且つ容易に所定量の表面残存油量とすることができる。

【0015】

【発明の実施の態様】アルミニウム又はアルミニウム合金の冷間圧延は、圧延ロールがアルミニウム又はアルミニウム合金材を圧延ロール間でかみ込んで圧延できるように冷間圧延用の圧延油を使用して両者間の摩擦係数を適切な値としている。この冷間圧延油は沸点が200～300℃程度の油が主体で、その他油膜強度を保持するために高級アルコール、脂肪酸、脂肪酸エステル等の添加剤が合計で10数%含有されている。また、アルミニウム又はアルミニウム合金は、冷間圧延によって用途に応じて種々の厚さの板条とされる。例えば、鍋、釜等の器物用には0.3～3mm程度の厚さとされ、建築用内装、外装パネル等には0.5～5mm程度の厚さとされている。冷間圧延された板条はそのまま巻き取って、焼鈍炉の大きさ或いは需要量によって異なるが、通常5乃至15t程度の板条コイルとし、或いは巻き取った板条コイルを所定の長さに切断、もしくは所定直径の円盤状に打ち抜いて板材として積み重ねて積層体としている。

【0016】これらの板条コイルはコイルの形態で、板は積み重ねた積層体の形態で焼鈍処理されて器物もしくはパネル等の成形加工に適した性質が付与される。この際、板条コイルもしくは板の積層体は、冷間圧延油が付着したまま焼鈍処理される。この焼鈍処理は用途によって異なるが、例えば200℃以上の温度で種々の時間に保持して処理される。

【0017】このように冷間圧延油が付着したままの状態では板条コイルもしくは板の積層体を焼鈍処理後、表面の汚れを除去する目的でコイルもしくは板の表面をアルカリ水溶液でエッチング処理すると、上述した如く板条コイルもしくは板の積層体の中央部に相当する箇所は金属光沢があるが、端部側部に相当する箇所には光沢の鈍い乳白色の状態になる所謂エッチング斑が生じる。この

現象は本発明者らの研究によれば以下のように考えられる、即ち、付着した圧延油は焼鈍処理の過程で蒸発もしくは分解して水素が発生し、この水素がアルミニウムまたはアルミニウム合金の板条もしくは板の表面から吸収され、その吸収量が板条もしくは板の積層体の内部側より端部側で多く、このためアルカリ処理に際してエッチングの形態に差が生じて、ピット状にエッチングされる箇所と平面状にエッチングされる箇所が生じ、それらが光沢の程度の相違となり、エッチング斑として目視されるものと考えられる。

【0018】このエッチング斑が板条コイルもしくは板の積層体の中央部において光沢があり、端部側で光沢の鈍い乳白色の状態になるのは、本発明者らの更なる研究によって以下のように考えられる。即ち、圧延における圧延ロールの変形とたわみで圧延された板条の中央部は板厚が厚く、端部側では薄くなっている。このため圧延油は、焼鈍の際の板条コイルもしくは板の積層体の状態で板条と板条もしくは板と板との間で厚さがあり平滑な表面が互いに圧接される中央部から排除され、板厚が薄い端部側の板と板との間に集まる。その結果、焼鈍処理に際して圧延油が蒸発もしくは分解すると、端部側ではこれらの圧延油の分解が進行して水素の発生が多く、水素の吸収量が端部側で多くなるため、前述のようにアルカリ処理でピット状にエッチングされて金属光沢を失った乳白色のエッチング斑を生じるものと考えられる。

【0019】本発明者らは、このような考察に基づき種々実験の結果、この冷間圧延後の表面残存油量を減少させて 1 g/m^2 以下とし、然る後、該板条コイルもしくは板の積層体を焼鈍処理した場合、アルカリ処理時のエッチング斑が目視で認められなくなることを突き止めた。これは、表面残存油量を上記の範囲に低減することにより端部側に集まる圧延油も減少し、圧延油の分解によって発生する水素量が少なくなるため水素吸収量の場所による差が小さくなることによるものと考えられる。この表面残存油量は、好ましくは 0.5 g/m^2 以下、更に好ましくは 0.4 g/m^2 以下、更に好ましくは 0.20 g/m^2 以下、最も好ましくは 0.10 g/m^2 以下である。

【0020】一方、この表面残存油量が 1 g/m^2 を超える場合は、圧延油の分解によって発生する水素量が多くなり、水素吸収量の場所による差が大きくなり、エッチング斑が目視で認められるようになるものと考えられる。表面残存圧延油の量を 1 g/m^2 以下とするには、洗浄除去する方法が容易且つ確実で、特に有機または無機の洗浄剤は除去能力が優れている。有機の洗浄剤としては、例えば炭素数が6～12の飽和又は不飽和炭化水素が好ましい。無機の洗浄剤としては、例えば硝酸、フッ酸、硫酸、燐酸等の酸系水溶液、燐酸ソーダ、珪酸塩、苛性ソーダ等のアルカリ系の水溶液である。このよ

うな有機又は無機の洗浄剤で圧延油を洗浄除去するには、例えばこれらの液を使用してスプレーし、或いは浸漬し、もしくはブラッシングして除去すると容易且つ確実に除去できる

【0021】酸系洗浄剤を使用する場合は、高温、高濃度、長時間処理すると板条もしくは板の表面が強くエッチングされてしまい、材料独特の模様例えば、結晶粒界が目視されるようになって、表面の美しさを求められる場合等には好ましくない。従って、例えば1乃至20%程度の水溶液とし、50℃～70℃程度の温度で数十秒乃至数十分間程度で洗浄処理が完了するようにする。また、アルカリ系洗浄剤を使用する場合は、酸系洗浄剤ほどではないが、高温、高濃度、長時間処理すると板条もしくは板の表面がエッチングされてしまい、エッチング斑が目立ちまたエッチピットが目視されるようになってパネルの如く表面の美しさを求められるものには好ましくない。したがって、酸系水溶液の場合と同様に例えば1乃至20%程度の水溶液とし、50℃～70℃程度の温度で、1秒乃至十数分間程度で洗浄除去処理を終了するようにする。また、板条もしくは板の表面残存圧延油量を 1 g/m^2 以下とするには、前述のように洗浄除去して所定値とすることもできるが、洗浄で十分に除去した後、再度潤滑油を塗布する方法によると、表面を清浄な油で保護できる上、塗布法によると塗布量を容易に制御できるため表面潤滑油量を確実に定量化できて好ましい方法である。潤滑油は、沸点が100～300℃程度の油が好ましい。

【0022】また、表面残存圧延油量を 1 g/m^2 以下とした板条コイルもしくは板は、焼鈍処理後のアルカリ処理でエッチング斑が目視できない程度に改善されるが、建築用途のパネル等のように表面美しい仕上げを行うためアルカリ処理を強く行う必要があり、外観の品質を厳しく求められる板の場合は、残存油量をさらに少なく 0.20 g/m^2 以下とすることが好ましい。しかしながら 0.02 g/m^2 未満となると、エッチング斑の発生が確実に改善されるが焼鈍処理中の板の膨張擦れで表面に傷が付くのでこの板擦れ防止のため 0.02 g/m^2 以上とするのが好ましい。

【0023】冷間圧延中の板条は、圧延油を圧延ロールに掛けてロール及び板条の洗浄と潤滑性を良好とし、同時に冷却して通常板条の温度を50℃以下としているが、板条を70℃を超える温度で圧延を終了させると、板条コイルもしくは板に付着した圧延油が蒸発除去されるようになって表面残存油量を所定量以下に減少できるため、焼鈍処理後のアルカリ処理でエッチング斑が目視で観察されなくなる。この温度は好ましくは110℃以上、更に好ましくは140℃以上、最も好ましくは150℃以上とするのが良い。上限は圧延油の特性及び取扱上の便宜から170℃以下とするのが好ましい。また、板条の温度を70℃を超える温度で終了させるために

は、冷間圧延当初の板条温度を高く設定することが一番容易な方法で確実であるが、圧延油を少なくし、圧下率を高くし、あるいは圧延速度を速くする方法で昇温させても良い。

【0024】板条コイルもしくは板に付着した圧延油を有機の洗浄剤で洗浄除去すると汚れている圧延油を有機洗浄剤と置換して汚れと共に効果的に除去できるが、一方で有機洗浄剤が板条コイルもしくは板の表面に $4\sim7\text{ g/m}^2$ 程度残存し、これは焼鈍処理中の板条もしくは板の擦り傷の発生防止になるため好ましいが、残存した有機洗浄剤が分解して水素が発生しエッチング斑の原因になる。圧延油除去後の焼鈍処理に際しては板条コイルもしくは板の積層体を一旦100～200℃の温度で加熱処理して残存した有機洗浄剤及び有機洗浄剤に溶解した圧延油を蒸発除去することによって表面残存圧延油量を所定値範囲とし、焼鈍処理後のアルカリ処理においてエッチング斑が生じないと共に擦り傷の発生も防止できる。この加熱処理は、100℃で1時間以上、200℃で0.5時間以上保持することで実質的に残存有機洗浄剤を除去できる。

【0025】板条もしくは板表面に付着した圧延油は過度に除去してしまうと潤滑、保護作用がなくなって焼鈍処理で板擦れによる擦り傷が発生するので、除去後潤滑油を再度塗布して潤滑油量を 0.02 g/m^2 以上とした後、焼鈍処理する。このようにすることによって焼鈍処理後の強いアルカリ処理においてエッチング斑の発生を防止でき且つ擦り傷が発生しない。ここで付着圧延油を除去するには、無機の洗浄剤で洗浄すると確実に除去できる。また、潤滑油の塗布は例えば噴霧器で噴霧する方法で容易に塗布できる。以上の本発明の方法においては、焼鈍処理の炉内雰囲気は大気雰囲気でも良く、特に制限する必要はないが、不活性ガスもしくは水分の少ない不活性ガスでも良い。以下に、実施例により本発明の具体的内容を説明する。

【0026】

【実施例1】本発明例として表1に示す組成の厚さ1mmの冷間圧延板条（表面付着圧延油量 3 g/m^2 ）を温度50℃の珪酸ソーダ及び磷酸ソーダの1%アルカリ水溶液もしくは温度50℃の硫酸水溶液で処理して付着圧延油を除去し、板条コイル（幅1.3m、重さ5t、表記載にはコイルと略記する。）のまま、もしくは冷間圧延後板条コイルを切断して積み重ねた板の積層体（長さ3m、高さ70cm、表記載には板と略記する。）として、不活性ガス（水分露点10℃）の雰囲気中で、図1もしくは図2に示す位置8で測定して昇温速度40℃/時間で加熱し、所定温度にて保持1時間の焼鈍処理を施した。このようにして処理された板条もしくは板に対して、温度50℃の苛性ソーダでアルカリ処理を施した。アルカリ処理後、エッチング斑を目視観察し、強くアルカリ処理を施しても確認できないものを◎、通常のアル

カリ処理で確認できないものを○、確認されたものを×とした。結果を同表2に示す。また擦り傷を目視観察し、確認できないものを○、確認されたものを×とした。結果を同じく表2に示す。また、比較例として、付着圧延油を除去しないままの上記寸法の板条コイル及び*

*板の積層体を同条件にて焼鈍処理し、上記の苛性ソーダでアルカリ処理した。エッチング斑及び擦り傷を目視観察し、上記の基準で判断した。結果を同じく表2に示す。

【0027】

表1：試料アルミニウム合金の組成（単位：重量％）

合金番号	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al、その他不純物
A-01	0.23	0.40	0.06	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.05	残 部
A-02	0.20	0.50	0.15	1.20	0.35	≤0.05	≤0.05	≤0.05	残 部

【0028】

表2：残存付着油量とエッチング斑及び板擦れ発生の関係

試料番号	合金番号	アルカリ水溶液	硫酸水溶液	残存付着油量 (g/m ²)	焼鈍温度 (℃)	焼鈍処理の形態	カセイソーダ		目 視 結 果		備 考
		洗浄時間 (秒)					濃度 (%)	時間 (分)	エッチング斑	擦り傷	
B-01	A-01	600	—	0.001	390	コイル	8	10	○	×	請求項1,2 の例
B-02	A-01	50	—	0.025	390	板	8	10	○	○	請求項1~3 の例
B-03	A-01	—	200	0.043	390	コイル	8	10	○	○	請求項1~3 の例
B-04	A-01	10	—	0.10	390	板	8	10	○	○	請求項1~3 の例
B-05	A-02	—	50	0.15	390	コイル	8	8	○	○	請求項1~3 の例
B-06	A-01	6	—	0.20	390	板	8	8	○	○	請求項1~3 の例
B-07	A-02	3	—	0.41	390	コイル	8	6	○	○	請求項1,2 の例
B-08	A-01	—	40	0.51	390	板	8	6	○	○	請求項1,2 の例
B-09	A-02	1	—	0.91	390	コイル	8	6	○	○	請求項1,2 の例
B-10	A-01	—	3600	0.002	390	板	8	10	○	×	請求項1,2 の例
B-11	A-01	処理せず		3.0	390	コイル	8	4	×	○	比較例
B-12	A-02	処理せず		3.5	390	板	8	4	×	○	比較例

【0029】表2の結果から判るように、冷間圧延板に残存している圧延油の量が1 g/m²以下のもの（本発明例、試料番号B-01～B-10）は、焼鈍後の通常のアルカリエッチング処理でエッチング斑が生じることなく、また、0.2 g/m²以下のものには、焼鈍後のアルカリ処理を強くしてもエッチング斑が生じることなく、アルカリ処理の施されるアルミニウム又はアルミニウム合金として適していることが判る。一方、冷間圧延板に付着している圧延油の量が1 g/m²を超えるもの（比較例、試料番号B-11、B-12）は、焼鈍後の弱いアルカリ処理でエッチング斑が生じ、アルカリ処理の施されるアルミニウム又はアルミニウム合金には適さないことが判る。

【0030】

【実施例2】表1に示す組成の厚さ6mmの熱間圧延板条を冷間圧延する際に、冷間圧延終了時の板条温度を種々に変えて冷間圧延を施した。板条温度を変えるに当たっては、冷間圧延開始時の板条コイル温度を種々変えて行った。冷間圧延後板厚1mmの板条コイル（幅1.3m、重量5t、表記載にはコイルと略称する。）とし、温度測定箇所は実施例1と同じとした。冷間圧延後板条コイルのまま実施例1と同じ雰囲気中で焼鈍処理を施した。次いで冷間圧延後室温に冷却したコイルを実施例1と同じアルカリ液でアルカリ処理の強さを変えて処理し、エッチング斑および擦り傷を実施例1と同じ基準で評価した。結果を表3に示す。

【0031】

表3：冷間圧延終了時の温度と残存付着油量の関係

試料 番号	合金 番号	冷間圧延 開始時の 板条コイルの 温度(℃)	冷間圧延 終了時の 板条コイルの 温度(℃)	残存 付着 油量 (g/m ²)	焼鈍処理 の形態	焼鈍 温度 (℃)	カセイソーダ		目 視 結 果		備 考
							濃度 (%)	時間 (分)	エッチング 斑	擦り傷	
C-01	A-02	75	75	0.92	コイル	390	8	6	○	○	請求項4の例
C-02	A-01	85	80	0.90	板	390	8	6	○	○	〃
C-03	A-02	130	110	0.57	コイル	390	8	6	○	○	〃
C-04	A-01	135	115	0.42	板	390	8	6	○	○	〃
C-05	A-01	150	125	0.10	コイル	390	8	10	○	○	〃
C-06	A-01	160	135	0.03	板	390	8	10	○	○	〃
C-07	A-01	20	50	3.8	コイル	390	8	4	×	○	比較例
C-08	A-01	20	50	3.5	板	390	8	4	×	○	比較例

【0032】表3の結果より、冷間圧延終了時の板条コイルの温度を70℃を超える温度で終了させたもの（本発明例、試料番号C-01～C-06）は、その後のアルカリ処理でエッチング斑が生じることなく、アルカリ処理の施されるアルミニウム又はアルミニウム合金として適していることが判る。一方、冷間圧延終了時の板条コイルの温度を70℃以下の温度で終了させたもの（比較例、C-07、C-08）は、その後のアルカリ処理でエッチング斑が生じ、アルカリ処理の施されるアルミニウム又はアルミニウム合金として適さないことが判る。

【0033】

【実施例3】表1に示す組成の厚さ1mmの冷間圧延板条コイルもしくは板の付着圧延油量（油量3g/m²）を、炭素数6～12の炭化水素の有機洗浄剤で洗浄除去*

表4：有機洗浄剤使用後の加熱温度とエッチング斑発生との関係

試料 番号	合金 番号	洗浄 時間 (分)	加熱温度 及び時間		焼鈍処理 の形態	焼鈍 温度 (℃)	カセイソーダ		目 視 結 果		備 考
			(℃)	(分)			濃度 (%)	時間 (分)	エッチング 斑	擦り傷	
D-01	A-01	5	100	60	コイル	390	8	8	○	○	請求項5の例
D-02	A-01	4	100	60	板	390	8	8	○	○	〃
D-03	A-02	5	150	40	コイル	390	8	10	○	○	〃
D-04	A-01	4	150	40	板	390	8	10	○	○	〃
D-05	A-01	5	200	20	コイル	390	8	10	○	○	〃
D-06	A-02	4	200	20	板	390	8	10	○	○	〃
D-07	A-01	5	300	20	コイル	390	8	4	×	○	比較例
D-08	A-02	5	50	20	板	390	8	4	×	○	比較例
D-09	A-01	5	—	—	コイル	390	8	4	×	○	比較例

【0035】表4の結果から、冷間圧延後の板条コイルもしくは板の付着圧延油を有機洗浄剤で洗浄後、残存有機洗浄剤を除去するために100～200℃の温度で加熱したもの（本発明例、D-01～D-06）は、最終焼鈍後アルカリ処理してもエッチング斑が生じることなく、アルカリ処理の施されるアルミニウム又はアルミニウム合金として適していることが判る。一方、加熱を1

*した（4～5分の処理で、残存圧延油量は0.1g/m²以下であった。）後、実施例1と同じ雰囲気中で板条コイルもしくは板の積層体を種々の温度で加熱した後、最終焼鈍を施した。板条コイル（幅1.3m、重量5t）の温度測定箇所は実施例1と同じ箇所とした。冷間圧延後板条コイル（表記載にはコイルと略記する。）のまま、もしくは冷間圧延後の板条コイルを切断した板の積層体（長さ3m、高さ70cm、表記載には板と略記する。）として処理を施した。板の積層体の温度測定箇所は実施例1と同じ箇所とした。次いで板条及び板に実施例1と同じアルカリ液でアルカリ処理の強さを変えて処理し、エッチング斑及び擦り傷を実施例1と同じ基準で判断した。結果を表4に示す。

【0034】

00℃未満、もしくは加熱をしないもの、もしくは200℃を超える温度で加熱をしたもの（比較例、D-07～D-09）は、付着圧延油を有機洗浄剤で洗浄しても焼鈍後のアルカリ処理でエッチング斑が生じ、アルカリ処理の施されるアルミニウム又はアルミニウム合金として適さないことが判る。

【0036】

【実施例4】 発明例として、表1に示す組成の厚さ1mの冷間圧延板条（表面付着圧延油量 3 g/m^2 ）を、温度 50°C の炭酸ソーダ及び磷酸ソーダの1%水溶液もしくは温度 50°C の5%硫酸水溶液で処理して圧延油を除去し、再度潤滑油（圧延油）を塗布して塗油後の油量を種々の量とし、板条コイル（幅1.3m、重量5t、表記載にコイルと略記する。）もしくは板の積層体（長*

*さ2m、高さ70cm、表記載には板と略記する。）として、これらに実施例1と同じ雰囲気中で焼鈍処理した。温度測定箇所は実施例1と同じ箇所とした。次いで板条及び板を実施例1と同じアルカリ液で処理した。エッチング斑及び擦り傷を実施例1と同じ基準で判断した。結果を同表5に示す。

【0037】

表5：塗油後の付着油量とエッチング斑発生との関係

試料番号	合金番号	アルカリ水溶液	硫酸水溶液	塗油後の付着油量 (g/m^2)	焼鈍温度 ($^\circ\text{C}$)	焼鈍処理の形態	カセイソーダ		目視結果		備考
		処理時間 (秒)					温度 (°C)	時間 (分)	エッチング斑	擦り傷	
E-01	A-01	600	—	0.01	390	コイル	8	10	○	×	請求項6の例
E-02	A-01	50	—	0.05	390	板	8	10	○	○	〃
E-03	A-02	—	200	0.05	390	コイル	8	10	○	○	〃
E-04	A-01	—	200	0.10	390	板	8	10	○	○	〃
E-05	A-02	50	—	0.20	390	コイル	8	10	○	○	〃
E-06	A-02	—	200	0.50	390	コイル	8	6	○	○	〃
E-07	A-01	—	200	0.90	390	板	8	6	○	○	〃
E-08	A-01	50	—	2.5	390	コイル	8	4	×	○	比較例

【0038】 表5の結果から、圧延油を無機洗浄剤で除去した後再度潤滑油を塗布して $0.02\sim 1\text{ g/m}^2$ としたもの（本発明例、E-02～E-07）は、焼鈍処理後にアルカリ処理を施してもエッチング斑及び擦り傷を生じることなく、また 0.2 g/m^2 以下としたもの（本発明例、E-01～E-05）は強いアルカリ処理を施してもエッチング斑が生じることなく、アルカリ処理の施されるアルミニウム又はアルミニウム合金として適していることが判る。また、塗油後の油量を多めにしたもの（比較例、E-08）はエッチング斑が生じ、アルカリ処理の施されるアルミニウム又はアルミニウム合金として適さないことが判る。

【0039】

【発明の効果】 以上に説明したように、本発明によるときは板条コイルもしくは板の積層体の焼鈍後のアルカリ処理に際してエッチング斑が生じることなく、鍋、釜あ※

※ るいは建築用のパネル等の広い用途において使用される外観品質基準の厳しい要求に応え、美しい表面を呈するアルミニウム又はアルミニウム合金板条コイルもしくは板を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 板条コイル外観を示す概略図

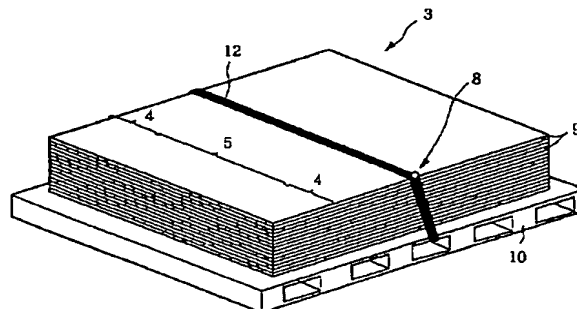
【図2】 板の積層体外観を示す概略図

【図3】 アルカリエッチング処理における板条もしくは板の表面に発生するエッチング斑の形態を示す説明図

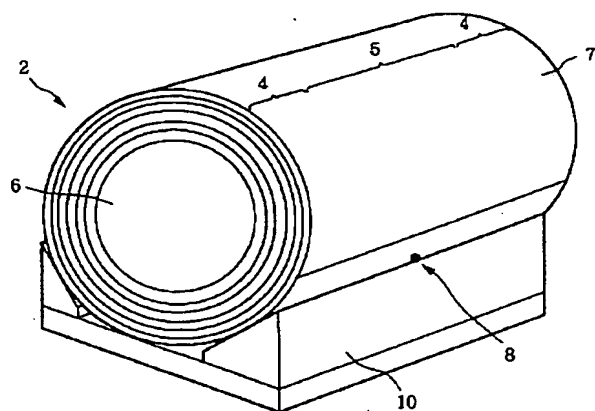
【符号の説明】

- 1：エッチング斑（乳白色部） 2：板条コイル
3：板の積層体 4：板条コイルもしくは板の端部側
5：板条コイルもしくは板の積層体の内部側
6：板条コイルの巻芯 7：板条 8：温度測定点
9：板 10：板条コイルもしくは板の基台
11：金属光沢部 12：バンド R：圧延方向

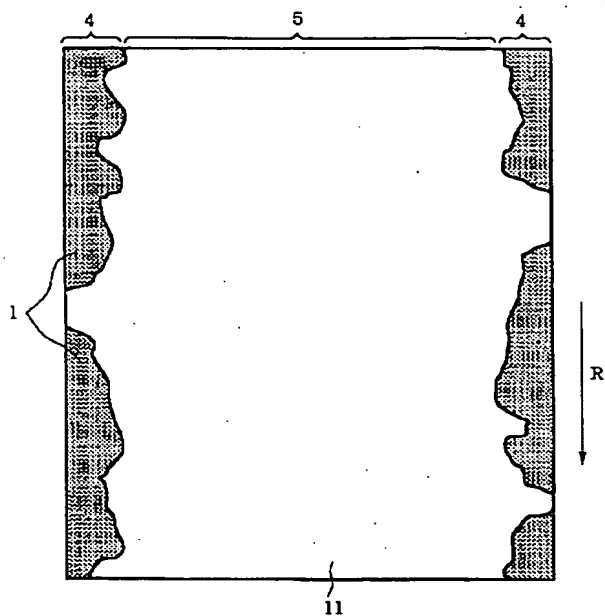
【図2】



【図1】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 石井 秀彦
愛知県稲沢市小池1丁目11番1号 日本軽
金属株式会社名古屋工場内

(72)発明者 伊藤 進
愛知県稲沢市小池1丁目11番1号 日本軽
金属株式会社名古屋工場内